

## TOOTHPASTE COMPOSITION

**Patent number:** JP5058861  
**Publication date:** 1993-03-09  
**Inventor:** KOMURO YUICHI; KUSAKABE RYOTARO  
**Applicant:** ASAHI CHEMICAL IND  
**Classification:**  
**- international:** A61K7/16  
**- european:**  
**Application number:** JP19910223820 19910904  
**Priority number(s):** JP19910223820 19910904

**Abstract of JP5058861**

**PURPOSE:** To provide a toothpaste composition causing no drop of viscosity despite change in temperature or ionic concentrations, maintaining favorable tube extrudability and shape retainability, excellent in mouth feeding and rinsability, formulated with an aqueous suspension of a pulverized cellulosic material. **CONSTITUTION:** This toothpaste composition is formulated with 0.2-10wt.% of an aqueous suspension of a pulverized cellulosic material having 0.3-6 $\mu$ m particle size corresponding to 50% of cumulative volume and with the cumulative volume for the particles having  $\leq 3\mu$ m particle size accounting for  $\geq 25\%$  of the whole volume. The concentration of the cellulosic material in the suspension is pref. 2-25wt.%. This level of concentration facilitates the handling. The size of particles corresponding to 50% of cumulative volume means the sphere- equivalent diameter for the particles whose cumulative volume accounts for 50% of the whole particles' volume. Said suspension preserves highly smooth creaminess and shape retainability in a stably dispersed state.

---

Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平5-58861

(43) 公開日 平成5年(1993)3月9日

(51) Int.Cl.<sup>5</sup>

A 6 1 K 7/16

識別記号

庁内整理番号

7252-4C

F I

技術表示箇所

審査請求 未請求 請求項の数1(全 4 頁)

(21) 出願番号 特願平3-223820

(22) 出願日 平成3年(1991)9月4日

(71) 出願人 000000033

旭化成工業株式会社

大阪府大阪市北区堂島浜1丁目2番6号

(72) 発明者 小室 雄一

大阪府大阪市北区堂島浜1丁目2番6号

旭化成工業株式会社内

(72) 発明者 草壁 亮太郎

宮崎県延岡市旭町6丁目410番地 旭化成  
工業株式会社内

(74) 代理人 弁理士 渡辺 一雄

(54) 【発明の名称】 歯磨組成物

(57) 【要約】

【目的】 温度やイオン濃度が変化しても粘性低下を起こさず、常に良好なチューブ押し出し性と歯ブラシ上での保型性を維持し、口ざわりやすすぎ性の優れた歯磨組成物を提供する。

【構成】 積算体積50%の粒径が0.3~6 $\mu$ mであり、かつ3 $\mu$ m以下の粒子の積算体積割合が25%以上の微粒化セルロース素材の水懸濁液を配合した歯磨組成物。

1

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 積算体積50%の粒径が0.3~6 $\mu$ mであり、かつ3 $\mu$ m以下の粒子の積算体積割合が25%以上の微粒化セルロース素材の水性懸濁液を配合してなることを特徴とする歯磨組成物。

## 【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、新規な歯磨組成物に関する。

【0002】

【従来の技術】従来、歯磨組成物の成分の処方は一般的に次の(1)~(5)によって構成されている。

(1) 研磨剤。炭酸カルシウム粉末、リン酸水素カルシウム粉末、ピロリン酸カルシウム粉末、無水ケイ酸粉末、水酸化アルミニウム粉末などの粉末成分で、代表的配合量は40~60重量%である。

【0003】(2) 保湿剤。グリセリン、プロピレングリコール、ソルビットなどの水と親和力を有する液体状又は粉末状の低分子化合物で、乾燥固着を防止し、代表的配合量は10~30重量%である。

(3) 界面活性剤。洗浄効果を与えるもので、代表的な配合量は約2重量%である。

【0004】(4) 甘味料、香料、薬用成分。爽快感や使用感を向上させたり、又は必要に応じ薬効効果を付与する為に配合される。

(5) 結合剤。カルボキシメチルセルロース、カラギーナン、メチルセルロース、アルギン酸ナトリウムなどの水溶性高分子化合物である。研磨剤をよく分散させて安定して存在させ、歯磨使用時に歯ブラシ上に押し出された時の保型性を与え、口中でべたつかずに研磨剤をよく分散させかつ容易に洗い流せる事を期待するもので、一般的な配合量は1~3重量%である。

【0005】以上(1)~(5)の成分、及び残量に水を加えて配合して歯磨組成物とするのが従来の処方である。ところが、結合剤と用いられる水溶性高分子化合物であるカルボキシメチルセルロース等のセルロース誘導体や、カラギーナン等の天然ガム類は、その粘性が温度やイオン濃度によって不安定であり、高温条件や食塩配合歯磨では歯磨の粘度が低下し問題が有ることが指摘されている。これらが改善される歯磨組成物として、特開昭61-103818号公報では、カルボキシメチルセルロースとマイクロフィブリル化セルロース懸濁液を配合することを提案しているが、カルボキシメチルセルロースを使用する以上十分には改善されない。

【0006】また、マイクロフィブリル化セルロース自身でザラツキを与え、使用感に問題がある。

【0007】

【発明が解決しようとする課題】本発明の目的は、温度やイオン濃度が変化しても粘性が安定し、チューブから容易に押し出せて、歯ブラシ上での保型性にすぐれ、口

2

ざわりやすすぎ性の優れた歯磨組成物を提供しようとするものである。

【0008】

【課題を解決するための手段】本発明の歯磨組成物は、積算体積50%の粒径が0.3~6 $\mu$ mであり、かつ3 $\mu$ m以下の粒子の積算体積割合が25%以上の微粒化セルロース素材の水性懸濁液を配合してなることを特徴とする歯磨組成物、である。セルロースは微粒子化することは難しく、従来技術、例えば乾式や湿式ボールミル、ハンマーミル、ジェットミル、コロイドミル、三本ロー

10 ル、ホモジナイザー等で微粒化しても積算体積50%の粒径は8 $\mu$ m以下にはならなかった。

【0009】又、セルロース分解酵素（例えばセルラーゼオノゾカ）による酵素法での微粒子化でも（例えば特開平3-58770号公報実施例2の方法）、本発明で用いる粒径測定手段により厳密に粒径分布を測定すれば積算体積50%の粒径は20 $\mu$ m以下にはならず、いずれも水中では沈降しザラツキを感じるものであった。

特開昭56-100801号公報の方法で得られるミクロフィブリル化セルロースはセルロースを微粒子化したものではなく、フィブリル状に細く枝分かれさせたものである

20 の、フィブリル同志がからまって容易にコヨリ状になり、これを防ぐ為にカルボキシメチルセルロースナトリウムを添加したものも提案されているが、ザラツキ感を十分解消出来るものではない。

【0010】ところが最近、本発明者らは特願平2-172616号公報の方法によりセルロース素材を極めて微粒化することに成功したが、このように微粒化したセルロース素材の水性懸濁液は、安定な分散状態で保型性を有する極めて滑らかなクリーム状を呈するものである。

30 本発明者らは、この微粒化したセルロース素材の水性懸濁液を歯磨組成物に結合剤として配合し、鋭意検討した結果、研磨剤をよく分散させ、チューブから容易に押し出せてかつ歯ブラシ上の保型性にすぐれたチキソ性を与えることが見出された。これら上記の特性は温度やイオン濃度の変化に対して安定であり、又、口中での異物感のないすすぎ性の優れたものであることが明らかとなった。

【0011】本発明の歯磨組成物には歯磨として用いられる通常成分、例えば第二リン酸カルシウム・二水和物及び無水物、第一リン酸カルシウム、第三リン酸カルシウム、炭酸カルシウム、酸化チタン、水酸化アルミニウム、炭酸カルシウム、ピロリン酸カルシウム、酸化アルミニウム、結晶質シリカ、非晶質シリカ、ケイ酸アルミニウム、不溶性メタリン酸ナトリウム、不溶性メタリン酸カリウム、不溶性ポリリン酸カルシウム、硫酸マグネシウム、硫酸カルシウム、炭酸マグネシウム、ベントナイト等の研磨剤、グリセリン、プロピレングリコール、ソルビトール、ポリエチレングリコール、エチレングリ

50 コール、キシリトール、マルチトール、ラクチトール等

3

の保湿剤、ラウリル硫酸ナトリウム、ミリスチル硫酸ナトリウム、ラウリルモノグリセリド硫酸ナトリウム、ヤシ油脂脂肪酸モノグリセリド硫酸ナトリウム、高級脂肪酸モノグリセリド硫酸ナトリウム、 $\alpha$ -オレフィンスルフェート、パラフィンスルフェート、N-ラウロイルザルコシン酸ナトリウム、N-ラウロイル- $\beta$ -アラニンナトリウム塩、ポリオキシエチレンポリオキシプロピレンブロックコポリマー、マルチール脂肪酸エステル、ラクチール脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンソルビタン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレン脂肪酸エステル、ラクトース脂肪酸エステル、ショ糖モノラウリレート、ショ糖ジラウリレート、ラウリン酸ジエタノールアミド等の界面活性剤、サッカリンナトリウム、ステビオサイド、グリチルリチン、ペパーミント、スベアミント、フェネルオイル、オイゲノール、アネートール、メントール等の甘味料や香料、各種薬用成分、を適宜配合される。

【0012】通常の結合剤、例えばカルボキシメチルセルロースナトリウム、メチルセルロース、ヒドロキシエチルセルロース、アルギン酸ナトリウム、カラギーナン、ポリアクリル酸ナトリウム、アラビアガム、キサンタンガム、トラガントガム、カラヤガム、ポリビニルアルコール等は特に配合する必要はないが、本発明の効果を損なわない範囲で配合することができる。

【0013】本発明では、微粒化セルロース素材の含有量は、歯磨組成物全体に対し0.2~10重量%が好ましく、配合する水性懸濁液の微粒化セルロース素材濃度と配合量を加減して調整する。0.2重量%を下廻ると粘性が低くて保型性が認められなくなり、又、10重量%を越えると粘度が上がりすぎてチューブから押し出しにくくなる。又、配合する水性懸濁液中の微粒化セルロース素材の濃度は2~25重量%が取り扱い易い。

【0014】本発明の歯磨組成物に配合する水性懸濁液中の微粒化セルロース素材は積算体積50%の粒径が0.3~6 $\mu$ mであり、かつ3 $\mu$ m以下の粒子、積算体積割合が25%以上であることが必要である。粒径の測定は、島津製作所レーザー回折式粒度分布測定装置（SLD-1100型）を用いて、測定に供する懸濁液を蒸留水で0.1重量%に希釈し、装置に内蔵する超音波発信器で粒子の2次凝集を壊した状態で測定で測定する。

【0015】本発明での積算体積50%の粒径とは、粒子全体の体積に対して積算体積が50%になるときの粒子の球形換算直径のことで、メジアン径とも呼ばれる。

リン酸水素カルシウム・2水和物  
グリセリン  
ソルビトール  
ラウリル硫酸ナトリウム  
サッカリンナトリウム  
香 料  
微粒化セルロース素材の水性懸濁液

40重量%  
10 "  
10 "  
2 "  
0.2 "  
1 "  
25重量%

4

なお、前記粒度分布測定装置での測定にあたっては、測定レンジを0.1~45 $\mu$ mに設定し、これにより、ミー（Mie）散乱理論式（測定装置中に組み込まれている）から導き出された散乱強度と粒子径の関係をを用いて計算されることとなる。

【0016】又、屈折率設定にあたっては、1.7~0.21の標準屈折率用を選択することとし、粒度分布を求める計算方法は最小二乗法理論を使った直接計算法を使うこととする。1つの試料に対する測定回数は7回に指定し、測定間隔は2秒とする。0.1重量%に蒸留水で均一に希釈された試料は、フローセルを利用して測定されるが、内蔵された超音波発信器は常時オンとし、少なくとも1分以上は超音波をあてて凝集を防止した後測定を行う。

【0017】本発明の歯磨組成物に配合される微粒化セルロース粒子の粒径が0.3 $\mu$ mを下廻ると凝集を起こし易くなり、一方6 $\mu$ mを越えると滑らかさが低下して不適である。さらに好ましくは1~4 $\mu$ mである。本発明に用いる微粒化セルロースは3 $\mu$ m以下の粒子の積算体積割合が25%以上であることが必要である。さらに好ましくは80~35%以上である。

【0018】このようにして、本発明の歯磨組成物は温度やイオン濃度変化に対しても良好な押し出し性と保型性を有し、口ざわりやすすぎ性の優れたものとしてすることができる。

【0019】

【実施例】本発明を下記実施例により説明するが、これらは本発明の範囲を制限するものではない。

【0020】

【実施例1】針葉樹サルファイト法溶解パルプ（N-DSP）を52℃で濃度18%の苛性ソーダ溶液に浸漬後圧搾してセルロース濃度33重量%のアルカリセルロースとした。これを酸素濃度50%の雰囲気中で48℃で168時間アルカリ酸化分解し、次いで水洗洗浄を行ってアルカリ分を除去した後、加水してスラリー状にし、アシザワ（株）製、パールミル（商品名）で湿式粉碎して微粒化セルロース素材の水性懸濁液を得た。

【0021】この積算体積50%の粒径は1.7 $\mu$ m、3 $\mu$ m以下の粒子の積算体積割合は72.1%、水性懸濁液中の微粒化セルロース素材濃度は18重量%であった。次に以下の処方により本発明の歯磨組成物を製造した。

5  
精製水

この歯磨組成物をチューブに充填し、50℃に加温して歯ブラシ上に押し出したが、形状は形くずれを起こさなかった。また実際に歯を磨いたところ、口ざわりやすすぎ性も良好であった。

【0022】

【実施例2】、実施例1で製造した本発明の歯磨組成物100部に食塩3部を配合し、塩入りの歯磨組成物を製造した。同様にチューブに充填し、50℃に加温後歯ブラシ上に押し出したが、形状は形くずれを起こさな

【0023】

【実施例3】実施例1のスラリーを三井三池化工機(株)製、商標アトライターMAID型を用いて湿式粉碎して微粒化セルロース素材の水性懸濁液を得た。この積算体積50%の粒径は5.9μm、3μm以下の粒子の積算体積割合は27%、水性懸濁液中の微粒化セルロース素材濃度は12重量%であった。

【0024】これを用い以下の処方により本発明の歯磨組成物を製造した。

リン酸水素カルシウム・2水和物	45重量%
リン酸水素カルシウム・無水物	2 "
グリセリン	5 "
ソルビトール	10 "
ラウリル硫酸ナトリウム	2 "

## 6

## 残量

サッカリンナトリウム	0.1 "
香料	1 "
微粒化セルロース素材の水性懸濁液	30 "
精製水	残量

この歯磨組成物をチューブに充填し、50℃に加温して歯ブラシ上に押し出したが、形状はくずれを起こさなかった。また実際に歯を磨いたところ、口ざわりやすすぎ性も問題であった。

【0025】

【比較例1】実施例1での処方の微粒化セルロース素材の水性懸濁液の替りにカルボキシメチルセルロースナトリウム1.5重量%を配合した歯磨組成物を製造した。これをチューブに充填し、50℃に加温後歯ブラシ上に押し出したところ、ダレを生じて型くずれを起こした。

【0026】

【比較例2】比較例1で製造した歯磨組成物100部に食塩3部を配合し、塩入りの歯磨組成物を製造した。これをチューブに充填し、常温(20℃)で歯ブラシ上に押し出したところ、ダレを生じて型くずれを起こした。

【0027】

【発明の効果】本発明の歯磨組成物は、温度やイオン濃度に変化しても粘性が低下することなく、常に良好なチューブ押し出し性と保型性を維持し、口ざわりやすすぎ性の優れたものである。